

Síntese do percloroato de ferro a partir de águas residuais da produção de biodiesel tratadas por eletrofloculação para confecção de placas de circuito impresso

Fernando Carlos Ferreira de Oliveira¹, Samara Pereira Vieira², Luiz Antônio Pimentel Cavalcanti³

¹Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia da Bahia, *Campus* de Paulo Afonso, Rua Marcondes Ferraz, 200, Bairro General Dutra, Paulo Afonso-BA (CEP 48607-000). Técnico em Eletromecânica. E-mail: fernando.oliveira@ifba.edu.br.

²Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia da Bahia, *Campus* de Paulo Afonso, Rua Marcondes Ferraz, 200, Bairro General Dutra, Paulo Afonso-BA (CEP 48607-000). Graduada em Engenharia Elétrica. E-mail: samara.maia@hotmail.com.

³Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia da Bahia, *Campus* de Paulo Afonso, Rua Marcondes Ferraz, 200, Bairro General Dutra, Paulo Afonso-BA (CEP 48607-000). Doutor em Engenharia Química e Professor do Ensino Básico, Técnico e Tecnológico (EBTT). E-mail: luiz.cavalcanti@ifba.edu.br.

Resumo. A produção de biodiesel por rota metílica por catálise alcalina, geralmente, exige uma etapa de purificação gerando águas residuais que na sua composição apresentam componentes contaminantes inviabilizando o seu descarte como estabelece a Resolução CONAMA n° 430/2011. Alternativas de reuso e aplicações práticas visando a minimizar a contaminação hídrica tem sido alvo de diversos estudos da comunidade científica. O processo de eletrofloculação foi usado para o tratamento das águas residuais da etapa de purificação do biodiesel. O tratamento foi realizado em reator eletroquímico constituído de eletrodos retangulares de ferro com 9 cm de comprimento e 3 cm de largura. Os eletrodos foram fixados em um béquer de 0,5 L, através de uma estrutura metálica, e a eles foram soldados fios que se ligam à fonte geradora de corrente contínua de intensidade 2,0 A, alimentado por um sistema fotovoltaico. O efluente resultante composto principalmente por cloreto de ferro II foi oxidado pela adição de peróxido de hidrogênio a cloreto de ferro III (percloroato de ferro). A solução sobrenadante foi separada para testes de coagulação e a solução residual teve seu pH reduzido até o valor 1,0. Posteriormente a solução foi concentrada em estufa por 6 h a 90 °C. A solução de percloroato obtida a partir das águas residuais da produção de biodiesel foi empregada para confecção de placas de circuito impresso.

Palavras-chave: Percloroato de ferro; Água residual; Eletrofloculação; Placas de circuito impresso.

Abstract. *Iron perchlorate synthesis from electroflocculation treated waste water of biodiesel production for manufacture of printed circuit boards.* The production of biodiesel by methyl route with alkaline catalysis commonly requires a purification stage that generates waste water with contaminants components in its

Recebido:
18/03/2016

Aceito:
27/03/2016

Publicado:
30/06/2016



Acesso Aberto
Artigo completo



ORCID

0000-0003-3865-2111
Fernando Carlos
Ferreira de Oliveira
 0000-0001-5491-8720
Samara Pereira Vieira
 0000-0003-4932-9387
Luiz Antônio Pimentel
Cavalcanti

composition making unavailable the free disposal of the waste as established by the Resolution 430/2011, of the National Environment Council (CONAMA). Reuse alternatives and practical applications to minimize water contamination has been the subject of several studies in the scientific community. The electroflocculation process was used at the treatment of wastewater from biodiesel purification stage. The treatment was accomplished out in electrochemical reactor constituted of iron rectangular electrodes measuring 9 cm long and 3 cm wide. The electrodes were fixed in a becker of 0.5 L through a metal structure, and in itself were welded wires connected to the DC 2.0 A current source powered by a photovoltaic system. The resulting effluent mainly composed of iron II chloride was oxidized by adding hydrogen peroxide to iron III chloride (iron perchlorate). The supernatant solution was separated for coagulation tests and the residual solution had the pH value up to 1.0. Subsequently the solution was concentrated in an oven for 6 h at 90 °C. The obtained perchlorate solution from the waste water of the biodiesel production was used for printed circuit boards' manufacture.

Keywords: Iron perchlorate; Waste water; Electroflocculation; Printed circuit boards.

Introdução

A crescente preocupação com as alterações climáticas, escassez de água e diminuição das reservas mundiais de petróleo tem contribuído para diversos estudos da comunidade científica mundial. Os biocombustíveis apresentam baixa toxicidade, são biodegradáveis, renováveis e capazes de reduzir substancialmente a emissão de gases de efeito estufa. Tais características fazem que os combustíveis derivados da biomassa sejam considerados como potenciais substitutos daqueles de origem fóssil (Dogan e Temur, 2013). O biodiesel surge como potencial substituto do diesel do petróleo, definido como combustível composto por alquil ésteres de ácidos graxos de cadeia longa, derivado de óleos vegetais, gorduras animais, óleos residuais ou algas (Moser, 2014).

O biodiesel consumido no Brasil, geralmente, é obtido por transesterificação alcalina homogênea onde se recorre à etapa de purificação com separação da glicerina formada como subproduto, seguida de lavagem com solução ácida, para retirada de resíduos de óleo não reagido, do catalisador e álcool, e finalmente algumas lavagens com água para a retirada de

resíduos de resíduos ainda presentes no biodiesel. Essa água pós-lavagem contém uma quantidade elevada desses resíduos, portanto, deve ser tratada antes do reuso ou descarte (Elicker et al., 2015). O processo de purificação do biodiesel convencional com água, apesar de apresentar significativa eficiência, gera um grande volume de efluente líquido, geralmente são consumidos em média três litros de água para cada litro de biodiesel produzido, que devido às impurezas presentes não pode ser descartado diretamente nos cursos d'água conforme estabelecido pela Resolução CONAMA nº 430/2011 (Fleck, 2011).

Dentre os diversos processos para tratamento das águas residuais da purificação do biodiesel a eletrofloculação ocupa uma posição de destaque. O processo utiliza a eletrólise para separação das impurezas e a água seguida filtração. A redução das variáveis físicas e químicas do efluente (DBO, DQO, óleos e graxas, turbidez e cor aparente) é garantida pela aplicação desse método simples e eficiente de separação (Vieira et al., 2015). O processo de eletrofloculação é economicamente inviável quando se utiliza a energia elétrica convencional para fornecimento de corrente para o sistema. Estudos realizados por Nascimento et al.

(2015) apontam que o processo de eletrofloculação para o tratamento das águas residuais de biodiesel, torna-se economicamente viável quando se utiliza um sistema fotovoltaico para fornecimento de corrente elétrica ao reator eletroquímico.

Cordeiro et al. (2015) avaliaram o efeito da eletrofloculação para tratamento das águas residuais de biodiesel com resultados significativamente satisfatórios com redução na turbidez (99,96%), cor aparente (81,66%), DQO (65,19%), DBO5 (60,37%) e óleos e graxas (30,88%), para um tempo de exposição ao tratamento de 10 min e diferença de potencial de 7,5 V. Os mesmos autores sugerem ainda que a água tratada seja reutilizada no processo de purificação do biodiesel. Tal alternativa é inviável, uma vez que no efluente tratado ainda há um teor de ferro ou alumínio (a depender do eletrodo utilizado) residual alto. A presença de tais metais acelera as reações de autoxidação do biodiesel (Knothe et al., 2006; Junqueira et al., 2015).

O simples descarte do efluente resultante do processo de tratamento da água residual da produção do biodiesel via eletrofloculação não é indicado, apesar dos parâmetros físico-químicos se enquadrarem dentro limites previstos na Resolução CONAMA nº 430/2011 (Brasil, 2011), o teor de ferro ou alumínio é alto, podendo causar contaminação dos ambientes aquáticos. Sendo assim, alternativas para reutilização do efluente gerado no processo de eletrofloculação devem ser avaliadas visando a minimizar as consequências do seu descarte nos cursos hídricos. Vieira et al. (2015) avaliaram o tratamento das águas residuais de biodiesel via eletrofloculação com eletrodos obtidos a partir do reuso de latinhas de alumínio, obtendo resultados expressivos com redução na turbidez (97%), DQO (85%) DBO5 (87%), óleos e graxas (84%). Os autores sintetizaram o alúmen de potássio a partir do efluente gerado no processo.

Na fabricação de placas de circuito impresso, na área de eletrônica, é comum a utilização de percloroeto de ferro (cloreto férrico) como agente corrosivo. Protege-se parte da placa geralmente com tinta e as trilhas do circuito serão atacadas pelo

agente corrosivo. Quando o biodiesel for produzido por catalise homogênea como metóxido de potássio sua água residual após lavagem ácida com ácido clorídrico (HCl) terá um percentual de considerável do sal cloreto de potássio (KCl). Com tal sal disperso no efluente será possível a produção do percloroeto de ferro que poderá ser aplicado na confecção de placas de circuito impresso.

O presente trabalho tem por objetivo tratar a água residual da produção do biodiesel por rota metálica via eletrofloculação e a partir do efluente gerado desse processo sintetizar o percloroeto de ferro para utilização como agente corrosivo de placas de circuito impresso.

Materiais e métodos

A célula eletrolítica para o processo foi montada em recipiente de vidro, empregando como eletrodos de ferro, cortados e lixadas para retirar a tinta, com dimensões de 9 cm de comprimento e 3 cm de largura. Uma fonte alimentadora (marca Instrutherm, modelo FA 3030) foi usada para a geração da corrente contínua no processo, ligada a um sistema fotovoltaico. Os compostos químicos como metanol, hidróxido de potássio e ácido clorídrico com 99% de pureza foram obtidos junto à VETEC, Sigma-Aldrich Brasil (Nascimento et al., 2015).

Produção de biodiesel

O biodiesel metílico de soja (B100-S) foi produzido através da reação de transesterificação alcalina em presença de KOH, com razão molar óleo:metanol de 1:6. O processamento foi desenvolvido em reator de vidro (Marconi, modelo MA502/5/C, volume útil 1 L) com controle de temperatura e agitação mecânica (impelidor do tipo pás), nas condições operacionais: 50 °C, 1 atm, 300 rpm e tempo reacional de 1 h. Em seguida, procedeu-se a separação da glicerina da mistura reacional via decantação. A fase mais leve da mistura contendo o B100, o catalisador e o excesso de metanol, passou pela etapa de purificação que constou de

evaporação do metanol com auxílio de um evaporador rotativo (IKA, modelo RV10) com condensador vertical, seguida de uma lavagem ácida com solução de ácido clorídrico 0,5 M. A esta água de lavagem ácida foram adicionados 2 g de cloreto de potássio (KCl) para aumentar a condutividade do efluente. Lavagens posteriores foram realizadas com água destilada. As águas residuais resultantes do processo de purificação foram colhidas em recipientes adequados e submetidas ao tratamento de eletrofloculação (Cavalcanti, 2013).

Dispositivo de eletrofloculação

O tratamento da água de lavagem nesse processo foi realizado em reator eletroquímico operado em batelada (béquer de plástico, volume útil 0,5 L) constituído de dois eletrodos de ferro com 9 cm de comprimento e 3 cm de largura. Os eletrodos foram fixados no reator, nos quais foram fixados fios de cobre ligados à fonte de corrente contínua (2,0 A) alimentada por um sistema fotovoltaico, conforme o esquema apresentado na Figura 1. Foi adicionada ao reator 0,2 L da solução a ser tratada, proveniente da água de lavagem obtida na produção do biodiesel. Na sequência, o sistema foi operado durante 10 min sendo o efluente resultante utilizado para produção do percloroeto de ferro.

Produção do percloroeto de ferro

Ao efluente resultante do processo de eletrofloculação foram adicionados 0,03 L de peróxido de hidrogênio a 35% (v/v). Posteriormente o pH da solução foi ajustado para 1,0 e deixado em inércia por 5 h. A solução sobrenadante foi retirada com o auxílio de uma pipeta graduada, enquanto a solução residual foi levada a estufa a 90°C por 6 h.

Confecção da placa de circuito impresso (PCI)

Partindo de uma placa de circuito impresso virgem tipo fenolite, recortou-se a referida placa em dimensões adequadas ao circuito a ser inserido. Removeu-se as oxidações da superfície da placa com o auxílio de uma lixa. Na sequência, aplicou-

se uma camada de tinta com o auxílio de caneta permanente (geralmente utilizada em CDs, DVDs). O desenho das trilhas na placa foi realizado manualmente, retirando-se a camada de tinta onde se desejava que o percloroeto de ferro atuasse como agente corrosivo. Posteriormente a placa foi imersa na solução de percloroeto de ferro sob agitação por 5 min. Na última etapa, removeu-se a tinta e perfurou-se a placa nos locais destinados aos componentes eletrônicos onde estes foram inseridos e soldados (Silveira et al., 2013).



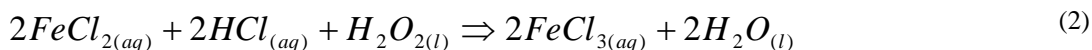
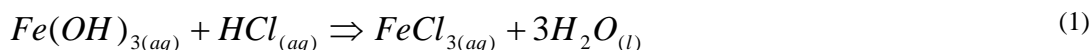
Figura 1. Montagem do reator eletroquímico para eletrofloculação da água de lavagem do biodiesel.

Resultados e discussão

O efluente obtido a partir do tratamento das águas residuais da produção de biodiesel via eletrofloculação é composta predominantemente de cloreto ferroso (FeCl_2) como resultado da eletrólise do cloreto de potássio e dispersão do ferro no efluente (Figura 1). O líquido apresentou uma coloração esverdeada, característica da presença do cloreto ferroso. Geralmente são utilizados dois métodos clássicos para a oxidação de íons Fe^{2+} em Fe^{3+} : a) o primeiro consiste em expor cloreto ferroso ao ar atmosférico deixando o recipiente aberto. Segundo Silveira et al. (2013) esse método é ineficaz pois a velocidades de reação são extremamente baixas e altas

produção de ferrugem; b) No segundo método, que foi utilizado no presente trabalho, a adição do ácido clorídrico elimina a presença de ferrugem, o que torna o processo efetivamente mais eficiente.

O ácido clorídrico elimina o ferrugem devido ao ataque da molécula de cloro (Equação 1), além de fornecer um caráter ácido a solução. O HCl foi adicionado até que o pH da solução estivesse em 1,0. Em seguida, adicionou-se o peróxido de hidrogênio que oxidou com maior eficiência os íons Fe^{2+} em Fe^{3+} (Equação 2), em apenas 2 min o conteúdo de 0,5 L estava totalmente convertido em percloroeto de ferro. O sistema foi deixado em repouso por 5 h conforme descrito anteriormente.



Verificou-se a precipitação do cloreto de ferro formado e uma solução sobrenadante de cloreto de ferro não concentrada. Esta foi retirada com o auxílio de uma pipeta graduada. Tal solução pode ser utilizada posteriormente para ensaios de coagulação de efluentes com sólidos em suspensão, esta pode ser utilizada em sistema de tratamento de água ou esgoto industrial (Barbosa et al., 2014). A solução que precipitou foi levada à estufa por 6 h

para concentração da solução de percloroeto de ferro.

A Figura 2a mostra a placa de circuito impresso após a aplicação da camada de tinta e desenho do circuito onde a solução de percloroeto de ferro irá atuar como agente de corrosivo. Na Figura 2b é mostra a placa submersa na solução, o componente ficou exposto ao tratamento durante 5 min sob agitação.

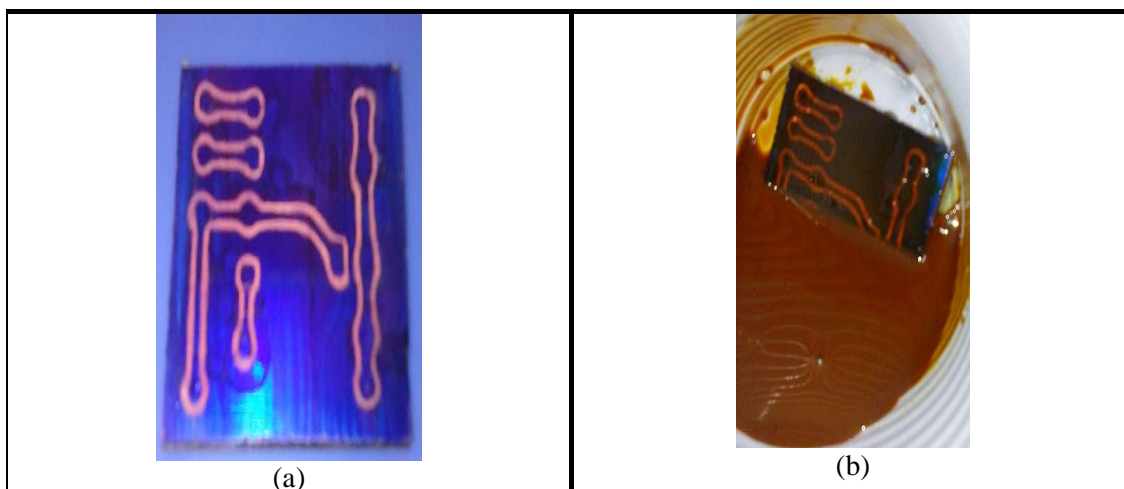


Figura 2. (a) Placa de circuito impresso após aplicação da camada de tinta; (b) Placa submersa na solução de percloroeto de ferro.

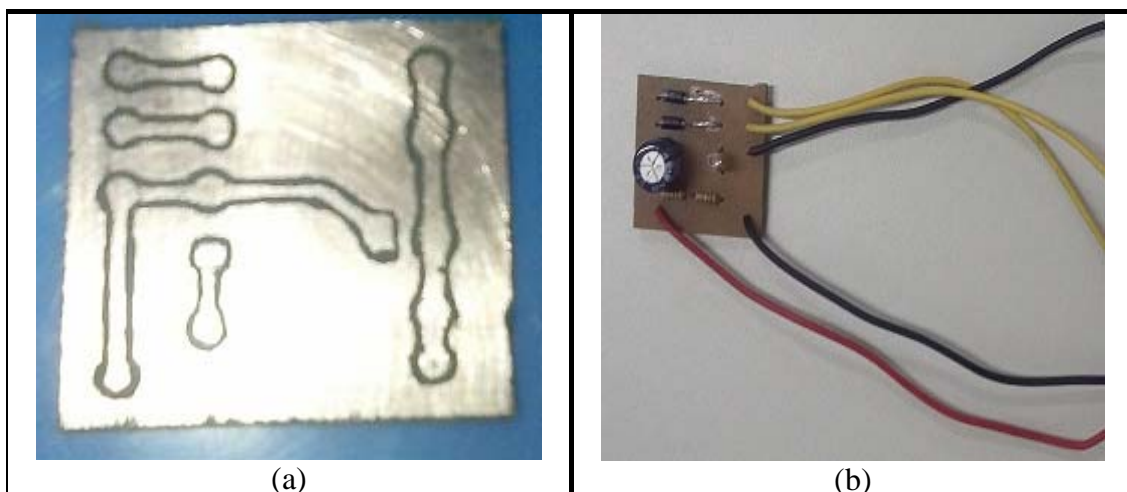


Figura 3. (a) Placa de circuito impresso após a corrosão; (b) Circuito final montado.

A solução de percloroeto de ferro produzida a partir do efluente das águas residuais da produção de biodiesel tratadas pela técnica de eletrofloculação, mostrou-se eficiente atuando como agente corrosivo em placas de circuito impresso (Figura 3a). A Figura 3b exibe o circuito impresso com os componentes eletrônicos instalados. Tal procedimento pode ser aplicado em aulas de eletrônica básica no Curso Técnico de Eletromecânica ou no Curso de Engenharia Elétrica, do Instituto Federal da Bahia (IFBA), *Campus* Paulo Afonso, e em outras unidades da rede.

A partir da confecção da placa de circuito impresso no IFBA, foram realizados e planejados treinamentos sobre a metodologia de construção dos circuitos a partir da metodologia descrita no trabalho e a importância da reciclagem de componentes eletrônicos, ainda como forma de concluir com sucesso os objetivos do projeto e difundir a cultura científica na instituição.

Conclusão

Os resultados obtidos mostraram a possibilidade de síntese do percloroeto de ferro a partir das águas residuais da produção de biodiesel tratadas com a técnica de eletrofloculação. Constatou-se que há duas possibilidades de utilização, a primeira a solução de cloreto de ferro

sobrenadante pode ser aplicada amplamente em processos de coagulação/decantação de águas que contenham sólidos dispersos, bem como, aplicada em tratamento de esgotos industriais. A segunda aplicação refere-se ao uso do percloroeto de ferro como agente corrosivo para confecção de placas de circuito impresso, pode-se afirmar que para este fim o percloroeto produzido atendeu satisfatoriamente os objetivos previstos no presente trabalho.

Declaração de conflito de interesses

Os autores declaram não haver conflito de interesses.

Referências

- Barbosa, L.; Fernandes, R. C., Miyazawa, C. S. Análise da influência do cloreto de ferro III em ambiente aquático. **Revista Scientia Vitae**, v. 1, n. 4, p. 61-65, 2014.
- Brasil. Leis, Decretos, etc. **Resolução CONAMA nº 430, de 13 de maio de 2011**. Dispõe sobre as condições e padrões de lançamento de efluentes, complementa e altera a Resolução nº 357, de 17 de março de 2005, do Conselho Nacional do Meio Ambiente-CONAMA. Disponível em: <<http://www.mma.gov.br/port/conama/legiabre.cfm?codlegi=646>>. Acesso em: 15 fev. 2016.
- Cavalcanti, L. A. P. **Reologia e melhoramento das propriedades de escoamento a frio de biodiesel e suas misturas BX**. Recife:

- Universidade Federal de Pernambuco, Departamento de Engenharia Química, 2013. (Tese de Doutorado). Disponível em: <http://repositorio.ufpe.br/bitstream/handle/123456789/10548/TESE_Luiz_Antonio_Pimentel_Cavalcanti.pdf>. Acesso em: 15 set. 2015.
- Cordeiro, R. B.; Alexandre, J. I. S.; Silva, J. P. F.; Sales, D. C. S.; Cavalcanti, L. A. P. Purificação e reutilização de águas residuárias da produção de biodiesel por meio da eletrofloculação. **Revista Brasileira de Gestão Ambiental e Sustentabilidade**, v. 2, n. 2, p. 51-58, 2015. <http://dx.doi.org/10.21438/020205>
- Dogan, T. H., Temur, H. Effect of fractional winterization of beef tallow biodiesel on the cold flow properties and viscosity. **Fuel**, n. 108, p. 793-796, 2013.
- Elicker, C.; Flores, C. P.; Santos, M. A. Z.; Colepicolo, P.; Pereira, C. M. P. Estudo da utilização da biomassa de cianobactérias como matéria-prima para a síntese de biodiesel através da reação de esterificação *in situ*. **Revista Virtual de Química**, v. 7, n. 6, p. 2497-2508, 2015. Disponível em: <<http://www.uff.br/RVQ/index.php/rvq/article/view/1251/672>>. Acesso em: 19 nov. 2015.
- Fleck, L. **Aplicação do controle estatístico de processos ao tratamento de um efluente têxtil por eletrofloculação**. Medianeira: Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2011. (Trabalho de Conclusão de Curso).
- Junqueira, C. N.; Franco, M. M.; Ruggiero, R.; Borges Neto, W.; Bueno, J. A.; Santos, D. Q. Contaminantes metálicos no biodiesel de soja. Anais do 10º Congresso Internacional de Bioenergia, São Paulo, 2015.
- Knothe, G.; Gerpen, J. V.; Krani, J.; Ramos, L. P. **Manual do biodiesel**. São Paulo: Edgard Blücher, 2006.
- Meneses, J. M.; Vasconcelos, R. F.; Fernandes, T. F.; Araújo, G. T. Tratamento do efluente do biodiesel utilizando a eletrocoagulação/flotação: investigação dos parâmetros operacionais. **Química Nova**, v. 35, n. 2, p. 235-240, 2012.
- Moser, B. R. Impact of fatty ester composition on low temperature properties of biodiesel-petroleum diesel blends. **Fuel**, n. 115, p. 500-506, 2014.
- Nascimento, F. A.; Vieira, S. A.; Andrade Júnior, S. J.; Cavalcanti, L. A. P. Integração de um sistema fotovoltaico isolado e de coleta seletiva de resíduos em um quiosque multifuncional. **Revista Brasileira de Gestão Ambiental e Sustentabilidade**, v. 2, n. 2, p. 43-50, 2015. <http://dx.doi.org/10.21438/020204>
- Silveira, R. L.; Dias, T. A.; Rodrigues, T. V.; Belo, E. M., Barbosa, H. C. S. Reciclagem do percloroeto de ferro. Anais do XLI Congresso Brasileiro de Educação em Engenharia, COBENGE, Curitiba, 2013.
- Vieira, S. P.; Nascimento, F. A.; Braz, M. A.; Andrade Júnior, S. J.; Cavalcanti, L. A. P. Reuso de latinhas de alumínio recicláveis para tratamento de águas residuais da produção de biodiesel via eletrofloculação. **Revista Brasileira de Gestão Ambiental e Sustentabilidade**, v. 2, n. 3, p. 145-151, 2015. <http://dx.doi.org/10.21438/020307>